

?S PN=JP 2000146871  
S2 1 PN=JP 2000146871  
?T S2/7

2/7/1

DIALOG(R) File 351:Derwent WPI  
(c) 2004 Thomson Derwent. All rts. reserv.

013206724 \*\*Image available\*\*  
WPI Acc No: 2000-378598/200033

X-ray micro-diffraction method for detecting x-rays diffracted from minute portion of specimen includes only one rotation, which is about phi-axis

Patent Assignee: RIGAKU DENKI CO LTD (RIGA-N); RIGAKU DENKI KK (RIGA-N)

Inventor: DOSHO A

Number of Countries: 003 Number of Patents: 004

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week	
GB 2343825	A	20000517	GB 9925325	A	19991026	200033	B
JP 2000146871	A	20000526	JP 98323538	A	19981113	200033	
US 6285736	B1	20010904	US 99427618	A	19991027	200154	
GB 2343825	B	20030514	GB 9925325	A	19991026	200333	

Priority Applications (No Type Date): JP 98323538 A 19981113

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan Pg	Main IPC	Filing Notes
GB 2343825	A	32	G01N-023/207	
JP 2000146871	A	8	G01N-023/207	
US 6285736	B1		G01N-023/207	
GB 2343825	B		G01N-023/207	

Abstract (Basic): GB 2343825 A

NOVELTY - X-ray micro-diffraction method comprises arranging the cylindrical two dimensional x-ray detector (2) so that it is surrounding the specimen (S), tilting the sample so that the diffracted x-rays from the specimen at an angle perpendicular (R4) to and tangential (R3) to the specimen are both detected and have a rotation about the phi-axis only rather than two axes.

DETAILED DESCRIPTION - An INDEPENDENT CLAIM is included for the following: an x-ray micro-diffraction apparatus.

USE - For detecting x-rays diffracted at a minute portion of a specimen when irradiated by x-rays.

ADVANTAGE - It may be possible to avoid a degradation of measurement preciseness due to a crossing error of the two axes. The apparatus is simplified over the prior art apparatus and therefore the time taken for one measurement is shortened.

DESCRIPTION OF DRAWING(S) - The diagram shows a partially cut away, perspective view of one embodiment of the x-ray micro-diffraction apparatus.

- Monochromator (3)
- Collimator (4)
- Stimulation type fluorescent shield (2)
- phi-axis rotary mechanism (6)
- Swing mechanism (7)
- Diffracted x-rays (R3, R4)
- Specimen (S)

pp; 32 DwgNo 1/5

Derwent Class: S03

International Patent Class (Main): G01N-023/207

International Patent Class (Additional): G21K-001/06

?LOGOFF

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-146871

(P2000-146871A)

(43)公開日 平成12年5月26日(2000.5.26)

(51)Int.Cl.  
G 0 1 N 23/207  
G 2 1 K 1/06

識別記号

F I  
G 0 1 N 23/207  
G 2 1 K 1/06

テマコート\*(参考)  
2 G 0 0 1  
G

審査請求 未請求 請求項の数8 OL (全8頁)

(21)出願番号 特願平10-323538

(22)出願日 平成10年11月13日(1998.11.13)

(71)出願人 000250339

理学電機株式会社

東京都昭島市松原町3丁目9番12号

(72)発明者 土性 明秀

東京都昭島市松原町3丁目9番12号 理学  
電機株式会社坪島工場内

(74)代理人 100093953

弁理士 横川 邦明

Fターム(参考) 20001 AA01 BA04 BA18 CA01 DA02

DA06 DA09 EA02 EA03 EA09

GA13 HA15 JA08 JA20 KA01

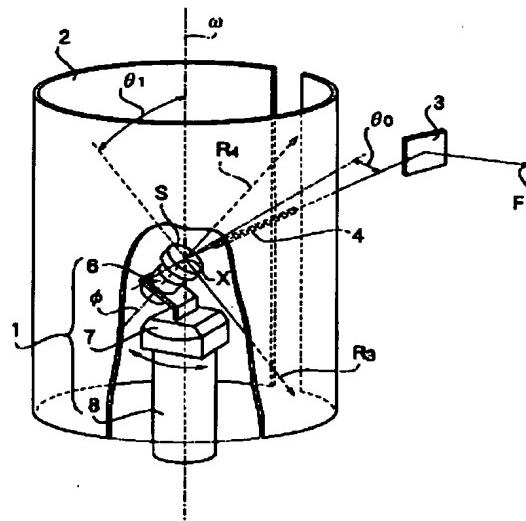
KA08 PA12 PA15 SA02

(54)【発明の名称】 微小部X線回折測定方法及び微小部X線回折装置

(57)【要約】

【課題】 微小部X線回折測定において従来行われていた2軸回転のうちの1軸分を省略することにより、2軸線の交差誤差に起因する測定精度の低下を回避し、装置の構造を簡単にし、さらに測定時間を短縮する。

【解決手段】 試料Sの微小部にX線を照射してその微小部に発生する回折X線を検出する微小部X線回折測定方法である。試料Sの回りに円筒状の輝尽性蛍光体2を配置し、試料Sから試料面接線方向に沿って出る回折X線R3及び試料面垂直方向に沿って出る回折X線R4の両方が輝尽性蛍光体2によって検知できるように、試料Sの試料面を輝尽性蛍光体2に対して傾斜、例えば45°傾斜させる。従来のx軸回転を省略して、y軸回転すなわち試料Sの面内回転だけで輝尽性蛍光体2に回折線像が得られる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 試料の微小部にX線を照射して該微小部に発生する回折X線を検出する微小部X線回折測定方法において、

試料の回りに円筒状の2次元X線検出器を配置し、前記試料から試料面接線方向に沿って出る回折X線及び試料面垂直方向に沿って出る回折X線の両方が前記2次元X線検出器によって同時に検知できるように、前記試料の試料面を前記2次元X線検出器に対して傾斜させることを特徴とする微小部X線回折測定方法。

【請求項2】 請求項1において、前記2次元X線検出器は輝尽性蛍光体によって形成されることを特徴とする微小部X線回折測定方法。

【請求項3】 請求項1又は請求項2において、前記試料の試料面は、前記2次元X線検出器の中心軸線に対して略45°傾斜することを特徴とする微小部X線回折測定方法。

【請求項4】 請求項1から請求項3の少なくともいずれか1つにおいて、前記円筒状の2次元X線検出器は円筒の端部に開放部を有し、その開放部に半導体X線検出器を配置し、前記試料から発生する蛍光X線をその半導体X線検出器によって検出し、検出した蛍光X線に基づいて前記試料に関する分析を行うことを特徴とするX線回折測定方法。

【請求項5】 試料の微小部にX線を照射して該微小部に発生する回折X線を検出する微小部X線回折装置において、

試料のまわりに円筒状に配置される2次元X線検出器と、

試料を面内回転させるφ回転手段と、

前記試料の試料面を前記2次元X線検出器に対して傾斜移動させる傾斜移動手段と、

前記試料に対するX線入射角度を変化させるためにその試料を回転させるφ回転手段とを有することを特徴とする微小部X線回折装置。

【請求項6】 請求項5において、前記2次元X線検出器は輝尽性蛍光体によって形成されることを特徴とする微小部X線回折装置。

【請求項7】 請求項5又は請求項6において、前記傾斜移動手段は、前記試料の試料面を前記輝尽性蛍光体の中心軸線に対して略45°傾斜させることを特徴とする微小部X線回折装置。

【請求項8】 請求項5から請求項7の少なくともいずれか1つにおいて、

前記円筒状の2次元X線検出器は円筒の端部に開放部を有し、

蛍光X線を取り込んでその蛍光X線のエネルギー量に対応した信号を出力する半導体X線検出器を前記2次元X線検出器の開放部に設け、さらにその半導体X線検出器の出力信号を入力して前記蛍光X線のエネルギー分布を求め

るエネルギー分布測定器を有することを特徴とする微小部X線回折装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、試料の微小部にX線を照射して該微小部に発生する回折X線を検出する微小部X線回折測定方法及びその装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】X線測定において、多数の結晶粒から成る試料すなわち多結晶試料にビーム径の大きいX線を照射する場合を考えると、その場合にはX線照射領域すなわち照射野の中に多数の結晶粒が存在することになるので、回折条件を満足する結晶粒の数も多くなり、さらに所定位置に配置したX線検出器へ回折X線を向わせることのできる結晶粒も多数存在することになる。よってその場合には、一定位置に置いたX線検出器によって回折X線を検出できる。

【0003】ところが場合によっては、微小試料や、多結晶試料の微小領域例えば100μm以下の領域等(これ以後、これらの領域を試料の微小部という)についての回折X線情報を知りたいことがある。このような場合には、X線照射野が狭くなり、その中に含まれる結晶粒の数が少なくなるので、いずれかの結晶粒でX線の回折が生じる場合でも、一定の位置に配置したX線検出器ではその回折X線を検出できないという事態が大きな頻度で発生する。

【0004】また、X線照射野中の結晶の数が1個になる場合もあり、この場合は正に単結晶状態であり、回折X線は特定の回折角度だけで発生する。単結晶状態の場合も含めてX線照射野中に存在する結晶粒が少ない場合には、試料を揺動しないと回折X線が形成するデバイ環を観測できない。

【0005】微小部X線回折装置は、試料の微小部に対するX線回折測定を可能とするX線回折装置であって、具体的には、X線の照射点で交差する少なくとも2つの軸線(通常は、x軸線及びy軸線と呼ぶことが多い)を中心としてそれ自身で回転する回転系を設け、それらの回転系によって試料を支持し、試料の微小部にX線を照射する間、それらの回転系によって試料を直交2軸線のまわりに独自に回転させる。

【0006】この回転により、入射X線ビームに対する結晶粒の結晶格子面の方向分布を無秩序化でき、その結果、試料のX線照射領域中に少数の結晶粒しか存在しない場合でも、それらの結晶粒で回折するX線を一定位置に配置したX線検出器によって漏れなく検出できるようになる。

【0007】この微小部X線回折装置は、例えば図3に示すように構成できる。この図では、X線Rの光軸X0に一致させてx(カイ)軸線をとり、そのx軸線上にx回転装置51を配置する。このx回転装置51はx軸線

を中心として $\chi$ アーム52を回転駆動する。 $\chi$ アーム52は $\omega$ 回転装置53を支持し、その $\omega$ 回転装置53は $\omega$ 軸線を中心として $\omega$ アーム54を回転駆動する。 $\omega$ 軸線は $\chi$ 軸線すなわちX線光軸X0に直交する軸線である。  
【0008】 $\omega$ アーム54は $\phi$ 回転装置56を支持し、その $\phi$ 回転装置56は $\phi$ 軸線を中心として試料Sを回転駆動すなわち面内回転駆動する。 $\phi$ 軸線は、X線光軸X0を含むと共に $\omega$ 軸線に直交する面に含まれ、さらに $\omega$ 軸線と $\chi$ 軸線の交点を通る軸線である。試料Sは、 $\chi$ 軸線、 $\omega$ 軸線及び $\phi$ 軸線の各軸線の交点に配置されることにより、X線Rの照射位置に配置される。

【0009】試料Sから適宜の距離だけ離れた位置には、X線検出器としての湾曲PSPC (Position Sensitive Proportional Counter: 位置敏感型比例計数管) 57が配置される。このPSPC 57は、PC (比例計数管) の芯線の両端に生じるパルスの時間差を検出することにより、PCの芯線方向すなわち直線方向に位置分解能を持たせたものである。図3の場合は、 $\omega$ 軸線と直交する面内で直線方向の位置分解能を持たせており、これにより、その直線方向に沿った異なる回折角度のX線を同時に検出できる。

【0010】この微小部X線回折装置では、試料Sを $\chi$ 軸線及び $\phi$ 軸線のそれぞれを中心として独立して回転させることにより、X線Rの照射点に試料Sの任意の微小部分を持ち運ぶことができ、これにより、試料Sからの回折X線を漏れなくPSPC 57によって検出できる。

【0011】 $\omega$ 軸線を中心とする試料Sの回転は、試料Sへ入射するX線の入射角度を調節するために行われるものであり、その入射角度が所定値、例えば $20^\circ \sim 30^\circ$ 程度に設定された後は、その $\omega$ 軸線まわりの試料Sの位置は固定される。

【0012】なお、図3の装置では、 $\chi$ 軸線をX線光軸X0に一致するように設定し、さらに $\chi$ 軸回転系の上に $\omega$ 軸回転系を載せる構造とした。しかしながら従来の微小部X線回折装置はそのような構造に限られず、図4に示すように、 $\omega$ 軸回転系の上に $\chi$ 軸回転系を載せることにより、 $\chi$ 軸線が必ずしもX線光軸X0に一致しない構造とすることもできる。

### 【0013】

【発明が解決しようとする課題】従来の微小部X線回折装置は上記のような構造であったため、測定に当たって少なくとも $\phi$ 軸回転系及び $\chi$ 軸回転系の2つの回転系が必要となり、それ故、構造が複雑であった。

【0014】また、それらの2軸線の交点が正確に規定されない場合、すなわち交差誤差が生じる場合には、試料Sに対するX線の照射野が広がって微小部測定の意味がなくなるので、それら2軸線の位置関係は厳密に調整されなければならない、その調整が非常に難しかった。

【0015】さらに、PSPC 57は1次元検出器であるため、試料Sからの回折X線を検出するために、どう

しても $\chi$ 軸線を中心として試料Sを回転させなければならず、それ故、測定時間が長くかかっていた。

【0016】本発明は、上記の問題点に鑑みて成されたものであって、微小部X線回折測定において従来行われていた2軸回転のうちの1軸分を省略することにより、2軸線の交差誤差に起因する測定精度の低下を回避し、装置の構造を簡単にし、さらに測定時間を短縮することを目的とする。

### 【0017】

10 【課題を解決するための手段】(1) 上記の目的を達成するため、本発明に係る微小部X線回折測定方法は、試料の微小部にX線を照射して該微小部に発生する回折X線を検出する微小部X線回折測定方法において、試料の回りに円筒状の2次元X線検出器を配置し、前記試料から試料面接線方向に沿って出る回折X線及び試料面垂直方向に沿って出る回折X線の両方が前記2次元X線検出器によって同時に検知できるように、前記試料の試料面を前記2次元X線検出器に対して傾斜させることを特徴とする。

20 【0018】X線検出器としては、PC (Proportional Counter: 比例計数管)、SC (Scintillation Counter: シンチレーション計数管) 等のようにX線を点状に取り込む構造の、いわゆる0次元X線検出器や、PSPCのようにX線を直線状に取り込む構造の、いわゆる1次元X線検出器等がある。上記構成における2次元X線検出器とは、それらの0次元X線検出器や1次元X線検出器と異なって、平面内の任意の点においてX線を検出できるX線検出器のことである。このような2次元X線検出器としては、例えば、X線フィルム、輝尽性蛍光体等が考えられる。

30 【0019】上記構成の微小部X線回折測定方法によれば、X線検出器として2次元X線検出器を用い、さらに上記の特定条件下で試料面を傾斜させるようにしたので、従来の微小部X線回折測定方法における $\chi$ 軸回転を行うことなく、試料を面内回転すなわち $\phi$ 軸回転させるだけで試料の微小部からの回折X線を漏れなく検出できる。

【0020】また、従来であれば、測定に際して試料を $\chi$ 軸線及び $\phi$ 軸線の2軸線の回りに回転させなければならず、それら2軸線の交差誤差に起因して試料におけるX線の照射野の広がりが大きくなってしまうことが多く、微小部領域をX線によって精度高く照射することに関して不十分であった。これに対し、 $\chi$ 軸線が不要である本発明によれば、X線の照射野の広がりによる測定精度の低下を回避できる。

【0021】また、試料のための回転駆動系を1つ省略できるので、装置の構造を簡単にできる。さらに、2次元X線検出器を用いるので、0次元X線検出器及び1次元X線検出器を用いる場合に比べて測定時間を短縮することができる。

【0022】(2) 上記構成の微小部X線回折測定方法において、前記2次元X線検出器は輝尽性蛍光体であることが望ましい。この輝尽性蛍光体はエネルギー蓄積型の放射線検出器であり、輝尽性蛍光物質、例えばBaFBr : Er<sup>3+</sup>の微結晶を可撓性フィルム、平板状フィルム、その他の部材の表面に塗布等によって成膜したものである。この輝尽性蛍光体は、X線等をエネルギーの形で蓄積することができ、さらにレーザ光等といった輝尽励起光の照射によりそのエネルギーを外部に光として放出できる性質を有する物体である。

【0023】つまり、輝尽性蛍光体にX線等を照射すると、その照射された部分に対応する輝尽性蛍光体の内部にエネルギーが潜像として蓄積され、さらにその輝尽性蛍光体にレーザ光等といった輝尽励起光を照射すると上記潜像エネルギーが光となって外部へ放出される。この放出された光を光電管等によって検出することにより、潜像の形成に寄与したX線の回折角度及び強度を測定できる。この輝尽性蛍光体は従来のX線フィルムに対して10～60倍の感度を有し、さらに10°～10°に及ぶ広いダイナミックレンジを有する。

【0024】(3) 上記構成の微小部X線回折測定方法において、前記試料の試料面は、前記2次元X線検出器の中心軸線に対して略45°傾斜することが望ましい。こうすれば、試料から試料面接線方向に沿って出る回折X線及び試料面垂直方向に沿って出る回折X線の両方を2次元X線検出器によって確実に検知できるようになる。

【0025】(4) X線を試料に照射したときに発生する現象として、回折X線の発生及び蛍光X線の発生がある。回折X線は、試料の結晶格子面で反射したX線のうち特定条件、いわゆるブレッギの回折条件を満たすものが増大し、それ以外のものは互いにうち消し合って観測されなくなることによって発生するX線である。この回折X線は、結晶等といった原子の配列構造に関連して発生するものである。

【0026】一方、試料を構成する原子はそれぞれ固有の殻電子順位を持っている。このような物質にX線、γ線、電子線等といった放射線を照射すると、その物質から原子特有の性質を持つX線、通常は特性X線が発生する。このX線が、通常、蛍光X線と呼ばれるものである。この蛍光X線は、試料の結晶構造とは関係なくその試料の内部に存在する原子の種類及び量に関連して発生するものである。

【0027】本発明に係る微小部X線回折測定方法では、X線検出器として円筒形状の2次元X線検出器を用いるので、その2次元X線検出器の端部に開放部を形成することができ、その開放部に半導体X線検出器を配設することにより、X線回折測定と同時に蛍光X線測定を行うことができる。これにより、試料の結晶構造の分析に加えて、試料に含まれる原子に関する分析を行うこと

ができる。

【0028】また、2次元X線検出器の端部に形成される開放部に半導体X線検出器を配設することにすれば、半導体X線検出器のX線取り込み部を試料の直近位置であって、しかも試料面法線に対して低角度位置に配置できるので、大きな発散角の範囲で蛍光X線を取り込むことができる。また、試料内部でのX線の経路も短くなるので、吸収の影響も減り、効率良く蛍光X線分析を行うことができる。

10 【0029】上記構成において、半導体X線検出器は、いわゆるSSD (Solid-State Detector) によって構成できる。電離箱、PC (Proportional Counter) 等といったX線検出器は放射線による気体のイオン化作用（すなわち、電離作用）を利用するものであるのに対し、SSDは固体（すなわち、半導体）のイオン化作用を利用するものである。

【0030】シリコン半導体、ゲルマニウム半導体にX線が入射すると、イオン対（すなわち、電子と正孔）が作られる。イオン対の数は入射X線光量子のエネルギーに

20 比例する。これらの電子と正孔は、電圧が与えられた両極に分離して、パルス電流となる。このパルス電流は入射X線のエネルギー量に対応したパルス波高を有し、よって、このパルス電流により入射X線のエネルギー量、すなわちX線の波長を測定することができる。

【0031】通常は、SSD等といった半導体X線検出器の出力端子にエネルギー分布測定器、例えばMCA (Multi-Channel Pulse Height Analyzer: 多重波高分析器) を接続する。通常知られている単一波高分析器 (Single Channel Pulse Height Analyzer) では、入力パルスの波高が所定幅のウインドウ内に入るか否かによって信号を分析する。上記のMCAは、そのような単一波高分析器を異なるウインド幅で多重に配列したものであり、入力したX線をエネルギー量ごとに、すなわち波長ごとに分類するものである。

30 【0032】(5) 次に、本発明に係る微小部X線回折装置は、試料の微小部にX線を照射して該微小部に発生する回折X線を検出する微小部X線回折装置において、試料のまわりに円筒状に配置される2次元X線検出器と、試料を面内回転させる回転手段と、前記試料の試料面を前記2次元X線検出器に対して傾斜移動させる傾斜移動手段と、前記試料に対するX線入射角度を変化させるためにその試料を回転させる回転手段とを有することを特徴とする。

【0033】この微小部X線回折装置によれば、X線検出器として2次元X線検出器を用い、さらに上記の特定条件下で試料面を傾斜させるようにしたので、従来の微小部X線回折装置におけるx軸回転を行うことなく、試料を面内回転するだけ試料の微小部からの回折X線を漏れなく検出できる。

50 【0034】また、従来であれば、測定に際して試料を

$\alpha$ 軸線及び $\omega$ 軸線の2軸線の回りに回転させなければならず、それら2軸線の交差誤差に起因して試料におけるX線の照射野の広がりが大きくなってしまうことが多く、微小部領域をX線によって精度高く照射することにに関して不十分であった。これに対し、 $\alpha$ 軸線が不要である本発明によれば、X線の照射野の広がりによる測定精度の低下を回避できる。

【0035】また、試料のための回転駆動系を1つ省略できるので、装置の構造を簡単にできる。さらに、2次元X線検出器を用いるので、0次元X線検出器及び1次元X線検出器を用いる場合に比べて測定時間を短縮することができる。

【0036】(6) 上記微小部X線回折装置において、前記2次元X線検出器は輝尽性蛍光体によって形成することが望ましい。

【0037】(7) また、上記微小部X線回折装置において、前記傾斜移動手段は、前記試料の試料面を前記輝尽性蛍光体の中心軸線に対して約45°傾斜させることができ。こうすれば、試料から試料面接線方向に沿って出る回折X線及び試料面垂直方向に沿って出る回折X線の両方を2次元X線検出器によって確実に検知できるようになる。

【0038】(8) また、上記構成の微小部X線回折装置に関しては、前記円筒状の2次元X線検出器は円筒の端部に開放部を設け、蛍光X線を取り込んでその蛍光X線のエネルギー量に対応した信号を出力する半導体X線検出器を前記2次元X線検出器の開放部に設け、さらに、その半導体X線検出器の出力信号を入力して前記蛍光X線のエネルギー分布を求めるエネルギー分布測定器を設けることができる。

【0039】以上の構成により、X線回折測定と同時に半導体X線検出器を用いて蛍光X線測定を行うことができる。これにより、試料の結晶構造の分析に加えて、試料に含まれる原子に関する分析を行うことができる。

【0040】また、2次元X線検出器の端部に形成される開放部に半導体X線検出器を配設することにすれば、半導体X線検出器のX線取り込み部を試料の直近位置であって、しかも試料面法線に対して低角度位置に配置できることで、大きな発散角の範囲で蛍光X線を取り込むことができる。また、試料内部でのX線の経路も短くなるので、吸収の影響も減り、効率良く蛍光X線分析を行うことができる。

【0041】

【発明の実施の形態】(第1実施形態) 図1は、本発明に係る微小部X線回折装置の一実施形態を示している。この微小部X線回折装置は、X線を放射するX線源すなわちX線焦点Fと、X線焦点Fから放射されるX線を単色化するモノクロメータ3と、モノクロメータ3で単色化されたX線を微小断面径の平行X線ビームとして取り出すコリメータ4と、試料Sを支持する試料支持装置1

と、そして、試料Sのまわりに円筒状に配置された2次元X線検出器としての輝尽性蛍光体2とを有する。

【0042】試料Sは、図1では拡大して模式化して示してあるが、実際には、より小さいものである。また、X線焦点Fは、例えばポイントフォーカスのX線焦点として形成される。また、モノクロメータ3は、例えば平板グラファイト結晶によって構成される。また、コリメータ4は、例えば断面径が10~100μmの平行X線ビームを形成する。また、輝尽性蛍光体2はその内面が蛍光面となっている。

【0043】試料支持装置1は、試料Sを $\omega$ 軸線を中心として回転すなわち面内回転させる $\omega$ 回転装置6と、試料Sを試料中心Xの回りにアーケ回転させるアーケ揺動機構7と、そして試料Sを $\alpha$ 軸線を中心として回転させる $\alpha$ 回転装置8とを有する。本実施形態の場合は、 $\alpha$ 回転装置8の上にアーケ揺動機構7が載り、そのアーケ揺動機構7の上に $\omega$ 回転装置6が載っている。

【0044】以下、上記構成より成る微小部X線回折装置の動作について説明する。まず、円筒状の輝尽性蛍光体2をその中心軸線が $\omega$ 軸線に一致するように設置する。また、試料支持装置1の $\omega$ 回転装置6の所定位置に試料Sを取り付ける。この取り付け方法は従来から知られた通常の方法を採用できる。次に、図2に示すように、 $\alpha$ 回転装置8を作動して試料Sに対するX線の入射角度 $\theta_0$ を所定角度、例えば20°~30°に設定する。

【0045】次に、図1において、アーケ揺動機構7を作動して試料Sの試料面が輝尽性蛍光体2の中心軸線従って $\omega$ 軸線に対して傾斜角度 $\theta_1$ 、例えば約45°となるように調整する。この調整は、本実施形態では手動によって行うこととするが、アーケ揺動機構7にモータその他の駆動源を付設することによって自動的に行うこともできる。

【0046】このように、試料Sを輝尽性蛍光体2に対して約45°で傾斜させるのは、試料Sから試料面接線方向に沿って出る回折X線R3及び試料垂直方向に沿って出る回折X線R4の両方が輝尽性蛍光体2によって検知できるようにするためである。よって、輝尽性蛍光体2の軸線方向(図の上下方向)の長さが長い等の理由により、試料Sの傾斜角度が45°からずれる場合でも接線方向回折線R3及び垂直方向回折線R4の両方を輝尽性蛍光体2で検知できる場合には、必ずしも正確に45°に設定しなくても良い。

【0047】以上の設定の終了後、 $\omega$ 回転装置6を作動して試料Sを $\omega$ 軸線を中心として回転すなわち面内回転せながら、X線焦点Fから放射されてモノクロメータ3及びコリメータ4を通過したX線を面内回転する試料Sの微小部へ入射させる。このとき、入射したX線と試料Sの結晶格子面との間でブレーキの回折条件が満足されると試料SでX線の回折が生じる。

【0048】試料Sに入射するX線は微小部に限られるので、その照射野に含まれる結晶粒は数が少ない。それ故、それらの結晶粒から発生する回折X線は特定の回折角度方向へ進むことになり、よって、SC(シンチレーション計数管)等といった0次元X線検出器や、PSPC(位置敏感型比例計数管)等といった1次元X線検出器ではそれらの回折X線を取り込むためにそれらのX線検出器を走査移動、すなわち $\chi$ 軸回転させなければならない。これに対し、本実施形態によれば、試料Sを $\chi$ 軸回転させることなく $\phi$ 軸回転させるだけで、従来の $\chi$ 軸及び $\phi$ 軸の2軸線に関する回転と同様の測定を行うことができる。

【0049】また、 $\phi$ 軸回転に加えて $\chi$ 軸回転させなければならぬ従来の方法では、それら2軸線の交差誤差に起因して試料におけるX線の照射野の広がりが大きくなってしまうことが多く、微小部領域をX線によって精度高く照射することに関して不十分であった。これに対し、 $\chi$ 軸線が不要である本実施形態によれば、X線の照射野の広がりによる測定精度の低下を回避できる。

【0050】また、本実施形態では、試料のための回転駆動系を1つ省略できるので、装置の構造を簡単にできる。さらに、2次元X線検出器を用いるので、0次元X線検出器及び1次元X線検出器を用いる場合に比べて測定時間を短縮することができる。

【0051】(第2実施形態)図5は、本発明に係る微小部X線回折装置の他の実施形態を示している。この実施形態が図1に示した実施形態と異なる点は、円筒形状の輝尽性蛍光体2の両端部に形成された開放部のうちの図の上側部分EにX線検出器ユニット9を配設したことである。

【0052】このX線検出器ユニット9は、本体部11及び円筒形状の検出部12を有し、検出部12の先端にはSSD13が配設される。本体部11の内部には、SSD13の出力信号を増幅するためのプリアンプや、そのプリアンプの出力信号を外部へ導出するためのコネクタ部や、SSD13を冷却するための冷却装置等が収納される。SSD13等を冷却するのは、主に、熱雑音の発生を防止するためである。

【0053】X線検出器ユニット9は、コリメータ4から出て試料Sへ向かうX線及びR3、R4等といった回折X線を遮らない位置に設置される。また、SSD13は、できるだけ試料Sの試料面の直近位置であって、しかも、できるだけ試料面に垂直な角度位置の所に配設される。これにより、広い発散角度範囲内の蛍光X線をSSD13に取り込むことができる。

【0054】SSD13は、試料Sから発生する蛍光X線を取り込んで、その蛍光X線のエネルギー量に対応した波高のパルス信号を出力する。SSD13の出力側にはMCA14が接続される。このMCA14は、SSD13から出力されるパルス信号を波高ごと、すなわちエネ

ルギごとに分類して測定する。これにより、試料Sから発生する蛍光X線のエネルギー分布が測定され、これに基づいて、試料Sの内部に存在する原子の種類及び量を測定することができる。

【0055】本実施形態の微小部X線回折装置では、X線検出器として円筒形状の輝尽性蛍光体2を用いたので、その円筒形状の端部の開放部EにX線検出器ユニット9を配設して試料Sの近くにSSD13を配設することにより、輝尽性蛍光体2を用いたX線回折測定と同時に、SSD13を用いた蛍光X線測定を行うことができる。これにより、試料の結晶構造の分析に加えて、試料に含まれる原子に関する分析を行うことができる。

【0056】また、輝尽性蛍光体2の端部に形成される開放部EにX線検出器ユニット9を配設することにすれば、SSD13のX線取り込み部を試料Sの直近位置であって、しかも試料面法線に対して低角度位置に配置できるので、大きな発散角の範囲で蛍光X線を取り込むことができる。また、試料Sの内部でのX線の経路も短くなるので、吸収の影響も減り、効率良く蛍光X線分析を行なうことができる。

【0057】(その他の実施形態)以上、好ましい実施形態を挙げて本発明を説明したが、本発明はその実施形態に限定されるものでなく、請求の範囲に記載した発明の範囲内で種々に改変できる。例えば、図1に示した試料支持装置1は単なる一例であり、これ以外の任意の構造によって試料支持装置を構成できることはもちろんである。

#### 【0058】

【発明の効果】本発明に係る微小部X線回折測定方法及び微小部X線回折装置によれば、X線検出器として2次元X線検出器を用い、さらに試料面を傾斜させようとしたので、従来の微小部X線回折測定方法における $\chi$ 軸回転を行うことなく、試料を面内回転すなわち $\phi$ 軸回転させるだけで試料の微小部からの回折X線を漏れなく検出できる。

【0059】また、従来であれば、測定に際して試料を $\chi$ 軸線及び $\phi$ 軸線の2軸線の回りに回転させなければならず、それら2軸線の交差誤差に起因して試料におけるX線の照射野の広がりが大きくなるという問題があったが、本発明によれば $\chi$ 軸線回りの回転が不要であるので、X線の照射野の広がりによる測定精度の低下を回避できる。

【0060】また、試料のための回転駆動系を1つ省略できるので、装置の構造を簡単にできる。さらに、2次元X線検出器を用いるので、0次元X線検出器及び1次元X線検出器を用いる場合に比べて測定時間を短縮することができる。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る微小部X線回折装置の一実施形態を一部破断して示す斜視図である。

11

【図2】図1の構造の平面図である。

【図3】従来の微小部X線回折装置の一例を示す斜視図である。

【図4】従来の微小部X線回折装置の他の一例を示す斜視図である。

【図5】本発明に係る微小部X線回折装置の他の実施形態を一部破断して示す斜視図である。

【符号の説明】

1 試料支持装置

2 輝尽性蛍光体（2次元X線検出器）

\* 3

モノクロメータ

4

コリメータ

6

φ回転装置

7

アーク運動機構（傾斜移動手段）

8

ω回転装置

9

X線検出器ユニット

11

本体部

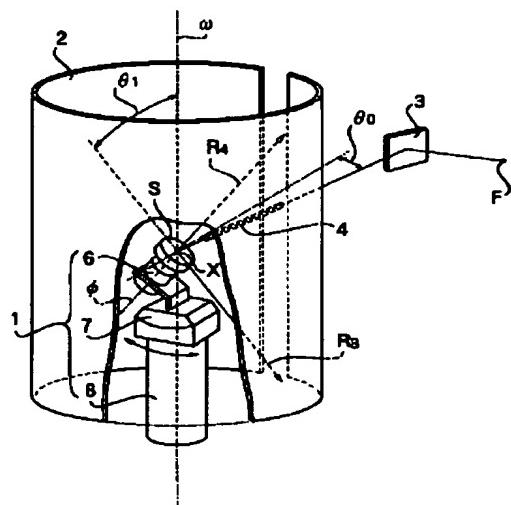
12

検出部

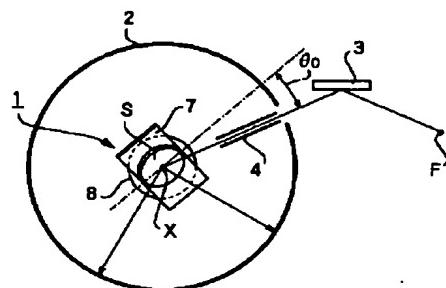
SSD

\* 10

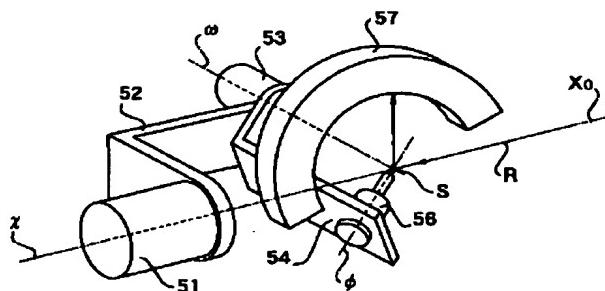
【図1】



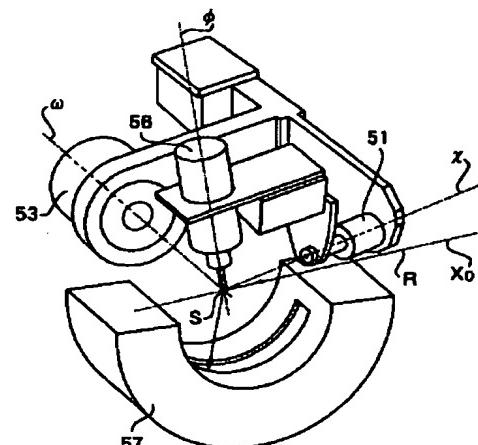
【図2】



【図3】



【図4】



【図5】

